

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-179507
(43)Date of publication of application : 18.07.1995

(51)Int.Cl. C08F 2/20
C08F 14/06

(21)Application number : 05-345209 (71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD
(22)Date of filing : 21.12.1993 (72)Inventor : HIYAMA TADAYOSHI
YOKOTA TORU
AMANO TADASHI

(54) PRODUCTION OF VINYL CHLORIDE POLYMER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a vinyl chloride polymer having high bulk density and high porosity particle structure as well as a sharp particle size distribution and excellent processability.

CONSTITUTION: In the suspension polymerization of vinyl chloride or a mixture thereof in an aqueous medium, (1) the polymerization is initiated using, as a dispersant, 0.01 to 5 pts.wt. per 100 pts.wt. of the monomer to be fed, of a partially saponified polyvinyl alcohol having 150 to 600 average polymerization degree and 20 to 60 mole % saponification degree, and further, 0.03 to 2wt.% (based on 100 pts.wt. of the monomer to be charged) of a suspension agent is added from the polymerization start until the polymerization rate reaches 5 to 50%. The suspension agent is a water-soluble, partially saponified polyvinyl alcohol having 700 to 3,000 average polymerization degree and 70 to 85 mole % saponification degree, and/or a hydroxy-propylmethylcellulose. A vinyl chloride polymer having 400 to 850 of average polymerization degree is obtained by this production process.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 22.02.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3284722

[Date of registration] 08.03.2002

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

書誌

-
- (19)【発行国】日本国特許庁 (JP)
(12)【公報種別】公開特許公報 (A)
(11)【公開番号】特開平7-179507
(43)【公開日】平成7年(1995)7月18日
(54)【発明の名称】塩化ビニル系重合体の製造方法
(51)【国際特許分類第6版】

C08F 2/20 MBK
14/06 MKA

- 【審査請求】未請求
【請求項の数】2
【出願形態】FD
【全頁数】7

- (21)【出願番号】特願平5-345209
(22)【出願日】平成5年(1993)12月21日
(71)【出願人】

【識別番号】000002060
【氏名又は名称】信越化学工業株式会社
【住所又は居所】東京都千代田区大手町二丁目6番1号

- (72)【発明者】

【氏名】樋山 忠義
【住所又は居所】茨城県鹿島郡神栖町大字東和田1番地
信越化学工業株式会社塩ビ技術研究所内

- (72)【発明者】

【氏名】横田 透
【住所又は居所】茨城県鹿島郡神栖町大字東和田1番地
信越化学工業株式会社塩ビ技術研究所内

- (72)【発明者】

【氏名】天野 正
【住所又は居所】茨城県鹿島郡神栖町大字東和田1番地
信越化学工業株式会社塩ビ技術研究所内

- (74)【代理人】

【弁理士】
【氏名又は名称】小島 隆司

要約

-
- (57)【要約】(修正有)

【構成】

塩化ビニル又は塩化ビニルを含む単量体混合物を水性媒体中に懸濁分散させて懸濁重合を行い、塩化ビニル系重合体を得る製造方法において、(1)平均重合度

が150～600、けん化度が20～60モル%の部分けん化ポリビニルアルコールを分散剤として仕込単量体100重量部当り0.01～5重量部使用して重合を開始すると共に、(2)懸濁剤として、(A)平均重合度が700～3000、けん化度が70～85モル%の水溶性部分けん化ポリビニルアルコール、及び／又は(B)ヒドロキシプロピルメチルセルロースを仕込単量体100重量部当り合計0.03～2重量部を重合開始から添加、重合率5～50%の範囲で全量使用して、平均重合度400～850の塩化ビニル系重合体を得る。

【効果】

かさ比重が高く、ポロシティが高い粒子構造を有すると共に、粒度分布がシャープで、かつ加工性に優れた塩化ビニル系重合体を得る。

請求の範囲

【特許請求の範囲】

【請求項1】

塩化ビニル又は塩化ビニルを含む単量体混合物を水性媒体中に懸濁分散させて懸濁重合を行い、塩化ビニル系重合体を得る塩化ビニル系重合体の製造方法において、(1)平均重合度が150～600、けん化度が20～60モル%の部分けん化ポリビニルアルコールを分散剤として仕込単量体100重量部当り0.01～5重量部使用して重合を開始すると共に、(2)懸濁剤として、(A)平均重合度が700～3000、けん化度が70～85モル%の水溶性部分けん化ポリビニルアルコール、及び／又は(B)メトキシ置換度が26～30重量%、ヒドロキシプロポキシ置換度が4～15重量%で、かつその2重量%水溶液の20℃における粘度が5～4000cpsであるヒドロキシプロピルメチルセルロースを仕込単量体100重量部当り合計0.03～2重量部使用して、これを重合開始から連続的又は間欠的に添加し、重合率5～50%の範囲で全量添加し、かつ重合を58～70℃の温度範囲で行って、平均重合度400～850の塩化ビニル系重合体を得ることを特徴とする塩化ビニル系重合体の製造方法。

【請求項2】

請求項1の塩化ビニル系重合体の製造方法において、(2)の懸濁剤の添加中に重合缶内の水性懸濁混合物にかかる搅拌所要動力を50～110kg·m/s·tonとし、添加終了後の搅拌所要動力を110kg·m/s·tonより大きくすることを特徴とする塩化ビニル系重合体の製造方法。

詳細な説明

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、かさ比重が高く、ポロシティが高い粒子構造を有し、粒度分布がシャープで、しかも加工性に優れ、このため押出成形、射出成形、ブロー成形等に好適な懸濁重合法による平均重合度400～850の塩化ビニル系重合体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】近年、低重合度の塩化ビニル系重合体に対する品質要求が厳しくなり、押出成形、ブロー成形、射出成形等に使用されるものに対しては、かさ比重が高く、ポロシティーが高い粒子構造を有すると共に、粒度分布がシャープで、かつ加工性に優れた塩化ビニル系重合体が求められている。

【0003】従来より、塩化ビニル系重合体の製造方法としては、塩化ビニル単量体を水性媒体中に懸濁分散させて重合を行う懸濁重合法が良く知られており、かかる懸濁重合法において、特にかさ比重が高い塩化ビニル系重合体を製造する方法としては、例えば塩化ビニル単量体を重合途中で追加する方法（特開昭59-168008号公報）、塩化ビニル単量体を水性媒体中に懸濁分散させるための分散剤として、高ケン化ポリビニルアルコールを使用する方法（特開昭57-7600号公報）等の方法が提案されている。

【0004】また、加工性に優れ、特にゲル化性の速い塩化ビニル系重合体の製造方法が数多く提案されている。例えば、特開昭52-5866号公報、同52-15890号公報、同55-112210号公報、同53-6392号公報、特公昭61-18562号公報等には、分散剤として、ケン化度55モル%以下、平均重合度600以下のいわゆる油溶性ポリビニルアルコールを用いる塩化ビニル系重合体の製造方法が開示されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記公報の方法で得られた塩化ビニル系重合体は、かさ比重が高い場合にはゲル化速度が遅く、良好な成形品が得られず、一方、ゲル化速度が速く加工性が良好な場合には、押出成形スピードが上がらない等、従来、両者のバランスのとれた塩化ビニル系重合体を製造することは困難であった。

【0006】本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、かさ比重が高く、ポロシティーが高い粒子構造を有すると共に、粒度分布がシャープで、かつ加工性に優れた低重合度の塩化ビニル系重合体を安定に製造することができる方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者は、上記目的を達成するため検討を重ねた結果、塩化ビニル又は塩化ビニルを含む単量体混合物を水性媒体中に懸濁分散させて懸濁重合を行い、塩化ビニル系重合体を得る塩化ビニル系重合体の製造方法において、（1）平均重合度が150～600、ケン化度が2C～60モル%の部分ケン化ポリビニルアルコールを分散剤として仕込単量体1C0重量部当り0.01～5重量部使用して重合を開始すると共に、（2）懸濁液として、（A）平均重合度が700～3000、ケン化度が70～85モル%の水溶性部分ケン化ポリビニルアルコール、及び／又は（B）メトキシ置換度が26～30重量%、ヒドロキシプロポキシ置換度が4～15重量%で、かつその2重量%水溶液の20℃における粘度が5～4000cpsであるヒドロキシプロピルメチセルロースを仕込単量体100重量部当り合計0.03～2重量部

用して、これを重合開始から連続的又は間欠的に添加し、重合率5～50%の範囲で全量添加すること、この場合重合温度範囲を58～70°Cとすることにより、平均重合度が400～850の低重合度塩化ビニル系重合体が工業的有利に得られること、またかかる方法において更に好ましくは、(2)の懸濁剤の添加中は重合缶内の水性懸濁混合物にかかる搅拌所要動力を50～110kg·m/s·tonとし、添加終了後の搅拌所要動力を110kg·m/s·tonより大きくすることが有効であることを知見した。

【0008】即ち、本発明者の検討によると、重合開始時には(1)の油溶性部分けん化ポリビニルアルコールを分散剤として用い、これにより高いポロシティーが得られるが、この分散剤のみでは懸濁系の安定性を保つことができず、更に重合温度を58～70°Cの範囲として低重合度塩化ビニル樹脂を製造する場合においては、スケールや粗粒の発生が著しくなる。このため、重合開始と同時に2)の水溶性の懸濁剤を連続的又は逐次的に添加し、好ましくはこの水溶性の懸濁剤を添加している間は比較的弱く懸濁系を搅拌し、添加終了した後はこれより強く搅拌することにより、重合の全期間に亘り懸濁安定性を維持し、スケール付着を防止して、かさ比重が高く、ポロシティーが高い粒子構造を有すると共に、ゲル化速度が速く、加工性に優れた塩化ビニル系重合体を安定に重合することができるを見い出し、本発明をなすに至ったものである。

【0009】従って、本発明は、塩化ビニル又は塩化ビニルを含む単量体混合物を水性媒体中に懸濁分散させて懸濁重合を行い、塩化ビニル系重合体を得る塩化ビニル系重合体の製造方法において、(1)平均重合度が150～600、けん化度が20～60モル%の部分けん化ポリビニルアルコールを分散剤として仕込単量体100重量部当り0.01～5重量部使用して重合を開始すると共に、2)懸濁剤として、(A)平均重合度が700～3000、けん化度が70～85モル%の水溶性部分けん化ポリビニルアルコール、及び/又は(B)メトキシ置換度が26～30重量%、ヒドロキシプロポキシ置換度が4～15重量%で、かつその2重量%水溶液の20°Cにおける粘度が5～4000cpsであるヒトロキシプロピルメチルセルロースを仕込単量体100重量部当り合計0.03～2重量部使用して、これを重合開始から連続的又は間欠的に添加し、重合率5～50%の範囲で全量添加し、かつ重合を58～70°Cの温度範囲で行って、平均重合度400～850の塩化ビニル系重合体を得ることを特徴とする塩化ビニル系重合体の製造方法、及び、上記塩化ビニル系重合体の製造方法において、(2)の懸濁剤の添加中は重合缶内の水性懸濁混合物にかかる搅拌所要動力を50～110kg·m/s·tonとし、添加終了後の搅拌所要動力を110kg·m/s·tonより大きくすることを特徴とする塩化ビニル系重合体の製造方法を提供する。

【0010】以下、本発明について更に詳しく説明すると、本発明の塩化ビニル系重合体の製造方法は、上述したように塩化ビニル又は塩化ビニルを含む単量体混合物を水性媒体中に懸濁分散させて懸濁重合を行う際に、重合開始時に特定の分散剤を使用するものである。

【0011】ここで、本発明ではかかる分散剤として、平均重合度が150～6

00、好ましくは150～400、けん化度が20～60モル%、好ましくは40～60モル%の油溶性部分けん化ポリビニルアルコールを使用する。平均重合度が150未満、けん化度が20モル%未満では、懸濁系が不安定となり、粗粒が発生したり、スケールの生成が増加するなどの問題点がある。一方、平均重合度が600を超えると、けん化度が60モル%を超えると、ゲル化性が悪くなる。

【0012】かかる部分けん化ポリビニルアルコールの添加量は、仕込み量体100部（重量部、以下同様）当り0.01～4部、好ましくは0.05～2部の範囲で適宜調整することができる。

【0013】本発明においては、上記油溶性部分けん化ポリビニルアルコールのみを重合開始時の分散剤とすることが好ましい。

【0014】しかし、このような油溶性部分けん化ポリビニルアルコールのみでは重合反応の全期間に亘って懸濁系を安定に保つことはできないので、重合開始と同時にこの分散剤より水溶性の懸濁剤を連続的又は逐次的に添加する必要がある。

【0015】このように重合開始後に水溶性の懸濁剤を添加するのは、重合開始前に一括して上記分散剤と懸濁剤を仕込んだ場合、単量体の液滴保護作用の強い懸濁剤では、開始前の不均一分散やレジンのスキン層厚みの増大により、ゲル化性が損われる。このため、重合の進行と共に合粒し易くなる液滴粒子に応じて懸濁剤を追加する必要がある。

【0016】かかる懸濁剤としては、本発明においては、(A) 平均重合度が700～3000、好ましくは700～2600、けん化度が70～85モル%、好ましくは70～82モル%の水溶性部分けん化ポリビニルアルコール、又は(B) メトキシ置換度が26～30重量%、好ましくは28～30重量%、ヒドロキシプロポキシ置換度が4～15重量%、好ましくは7～12重量%で、かつその2重量%水溶液の20°Cにおける粘度が5～4000cps、好ましくは5～100cpsであるヒドロキシプロビルメチルセルロースを用い、これらの懸濁剤を各々単独又は併用して使用することができる。なお、併用する場合、重量比で(A)/(B)=1/0～6/4の範囲とすることが好ましい。この範囲より(A)の添加量が少ないと、粒度調節が困難になり、フリーフロー性の良い重合体を得ることが困難になる場合がある。

【0017】また、懸濁剤の合計添加量は仕込み量体100部に対して0.3～2部、好ましくは0.04～0.09部の範囲で適宜調整することができる。合計の添加量が0.03部未満では粗粒やスケールの発生が多くなり、2部を超えるとかさ比重が高くならず、しかもゲル化性も悪くなる。

【0018】本発明の製造方法においては、懸濁剤の添加の時期は、重合開始から連続的に又は逐次的に添加をはじめ、重合率5～50%、好ましくは重合率5～30%に到達した段階で添加を終了する必要がある。重合開始から添加を始めないと、かさ比重が低く、粒度分布が広くなる上、ゲル化性が悪く、しかも重合缶内にスケールが付着し、安定に重合を行うことができない。一方、重合率が50%を超えた時点まで添加を続けると、ゲル化性が悪くなる場合が生じる。

【0019】また、懸濁剤を添加している際に、重合缶内の水性懸濁混合物に加

える搅拌所要動力は、 $50 \sim 110 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ 、特に $80 \sim 100 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ の範囲とすることが好ましい。この範囲以外の搅拌所要動力とすると、重合中に粗粒やスケールが発生する場合がある。

【0020】更に、懸濁剤の添加が終了した以降の搅拌所要動力は、 $110 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ より大きくなり、特に $120 \sim 150 \text{ kg} \cdot \text{m} / \text{s} \cdot \text{ton}$ の範囲とすることが良く、こうすることによりかさ比重が向上し、徐熟上も有利である。

【0021】なお、搅拌所要動力は、搅拌軸に取付けたトルクメーター及び回転数により算出することができる。

【0022】本発明の製造方法において、単量体としては、塩化ビニルを単独で使用できる他、塩化ビニルを主体とし、塩化ビニルと共に重合可能なコモノマーを含有した単量体混合物（通常、塩化ビニルを50重量%以上含有）を使用することができる。かかるコモノマーとしては、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等のビニルエステル、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル等の（メタ）アクリル酸エチル、エチレン、プロピレン等のオレフィン、無水マレイン酸、アクリロニトリル、ステレン、塩化ビニリデン等を例示することができる。

【0023】また、本発明の製造方法では、重合開始剤は従来塩化ビニル系の重合に使用されているものを使用でき、具体的にはt-ブチルパーオキシネオデカネート、t-ブチルパーオキシピバレート、t-ヘキシルパーオキシネオデカノエート、t-ヘキシルネオヘキサノエート、t-ヘキシルパーオキシピバレート、 α -クミルパーオキシネオデカネート、2, 4, 4-トリメチルペンチル-2-パーオキシ-2-ネオデカネート等のペーステル化合物；ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、ジ-2-エトキシエチルパーオキシジカーボネート、ジ-2-エチルヘキシルパーオキシジカーボネート、ジメトキシソプロピルパーオキシジカーボネート、ジエトキシエチルパーオキシジカーボネート等のペーカーボネート化合物；デカノイルパーオキシド、ベンゾイルパーオキシド、クメンハイドロパーオキシド、シクロヘキサンパーオキシド、2, 4-ジクロロベンゾイルパーオキシド、p-メタンハイドロパーオキシド、イソブチリルパーオキシド、アセチルシクロヘキシルスルホニルパーオキシド、2, 4, 4-トリメチルペンチル-2-パーオキシフェノキシアセテート、3, 5, 5-トリメチルヘキサノイルパーオキシド、ラウロイルパーオキシド等の過酸化物； α , α' -アゾビスイソブチロニトリル、 α , α' -アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)、 α , α' -アゾビス(4-メトシキ-2, 4-ジメチルバレロニトリル)等のアゾ化合物などの油溶性の重合開始剤の1種を単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができ、更には過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過酸化水素等の水溶性重合開始剤と併用することもできる。

【0024】重合開始剤は、水又は単量体の仕込み中、あるいは仕込み終了後に添加すれば良く、予め単量体に均一に混合して単量体と共に仕込んで良く、更には水性エマルジョンとして水性媒体と共に仕込んで良い。

【0025】本発明において、重合温度は $58 \sim 70^\circ\text{C}$ の範囲とすることが必要であり、これによって平均重合度が $400 \sim 850$ の塩化ビニル系重合体を得る

ことができる。また連鎖移動剤を使用しても良く、具体的には2-メルカプト-2-チアゾリン、2-メルカプトエタノール等のメルカプタン類、9, 10-シヒドロ-9-オキサ-10-ホスファフェナントレン-10-オキサイド等の有機リン化合物などを使用して、重合率0~30%の範囲で、仕込み単量体100部当り0.001~0.2部程度の量を添加することができる。

【0026】なお、本発明におけるその他の重合条件は通常の条件とすることができる。例えば、単量体の重合体成分を懸濁分散させるために使用する水性媒材の仕込み量は、従来の方法と同様、単量体との仕込み比(水/単量体)が1.0~1.5程度で良く、必要に応じて重合の途中で水を追加することができる。

【0027】

【発明の効果】本発明の塩化ビニル系重合体の製造方法によれば、かさ比重が高く、ポロシティーが高い粒子構造を有すると共に、粒度分布がシャープで、かつ加工性に優れた平均重合度400~850の塩化ビニル系重合体を安定に製造することができる。

【0028】

【実施例】以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に示すが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。なお、以下の例において部は重量部を示す。

【0029】【実施例1】内容積2000リットルのオートクレーブに脱イオン水900kgと表1に示した分散剤を同表に示す量で仕込んだ。次に、真空ポンプでオートクレーブの内圧が60mmHgとなるまで脱気した。

【0030】その後、塩化ビニル単量体700kgを仕込み、攪拌を開始した。次いでジャケットに热水を通して昇温を開始すると共に、重合開始剤としてt-ブチルパーオキシネオデカノエート315gをポンプで圧入した(このときを重合開始時、重合率0%とする)。同時に表1に示した懸濁剤を連続的に添加し、63.5℃の温度で重合を続けた。重合開始1時間30分後に重合度調整剤としての2-メルカプトエタノール196gを圧入した。また、懸濁剤を添加中と懸濁剤添加後の攪拌所要動力を表1に示したように変更した。

【0031】オートクレーブの内圧が6.5kg/cm²Gに達した時点で反応を停止し、未反応の単量体を回収し、脱水、乾燥を行って平均重合度650の重合体を得た。

【0032】得られた重合体について、下記方法によってかさ比重、粒度分布、可塑剤吸収量、ゲル化性、ドライフロー性、押出機による押出テストの評価を行った。結果を表1に併記する。

かさ比重JIS K-6721に従って測定した。

粒度分布JIS Z-8801に準拠して測定した。

可塑剤吸収量内径25mm、深さ85mmのアルミニウム合金製容器の底にグラスファイバーを詰め、試料の塩化ビニル重合体10gを採取して投入した。これにジオクチルフタレート(DOP)15ccを加え、30分放置してDOPを重合体に十分浸透させた。その後、1500Gの加速度下に過剰のDOPを遠心分離し、重合体10gに吸収されたDOPの量を測定して、重合体100g当りに

換算した。ゲル化時間下記に示す配合で、PVC 1 kg をベースにしてヘンシェルミキサーで混合し、コンパウンドとした。このコンパウンド 53 g をローター回転数 25 rpm、ジャケット温度 160°C のブラベンダー社製プラスチグラフに投入し、最大トルクを示すまでの時間を測定し、その時間をゲル化時間とした。この時間が短い程ゲル化性が良好である。

<配合> PVC 100 部 Ca-Zn 系安定剤 0.5 部 MBS 8 部 PE ワックス 0.2 部 エポキシ化大豆油 8 部 コンパウンドかさ比重、ドライフロー JIS K-6721 に準拠してコンパウンドかさ比重（表 1, 2 中、BD）を測定した。ドライフロー（表 1, 2 中、DF）は、コンパウンド 100 cc が全量落下する時間（sec）で示した。

押出テスト 20 m/m シングル押出機を用い、スクリュー回転数 30 rpm、C_R = 1.0、シリンダー温度 C₁ = 170°C、C₂ = 170°C、C₃ = 170°C、アダプター温度 185°C の条件でゲル化時間測定に用いたコンパウンドを押出し、押出量を測定した。

【0033】また、押出しを終了した後、スクリューを引き抜き、スクリューを観察してゲル化の進行状態を観察した。スクリュー先端から何ピッチまでゲル化しているかで示し、ゲル化しているピッチ数が多い程ゲル化性が良好である。

【0034】【実施例 2～4、比較例 1～5】分散剤と懸濁剤の種類と添加時期、搅拌所要動力を同表に示すようにした以外は、実施例 1 と同様に塩化ビニル重合体を重合し、同様に物性を測定した。結果を表 1, 2 に併記する。

【0035】

【表 1】

		実施例			
		1	2	3	4
重合開始前に添加した分散剤、懸濁剤の種類と添加量(部)		分散剤① 0.07部	分散剤① 0.07部	分散剤① 0.07	分散剤① 0.07
重合開始後、懸濁剤の追加した懸濁剤の種類と添加量(部)		懸濁剤② 0.045 懸濁剤③ 0.005	懸濁剤② 0.045 懸濁剤③ 0.005	懸濁剤② 0.07	懸濁剤② 0.03 懸濁剤③ 0.02
添加時期	重合率	重合率 0~5%	重合率 0~10%	重合率 0~10%	重合率 0~10%
かさ比重		0.575	0.583	0.565	0.583
粒度分布(pass %)	# 60	100	100	100	100
	# 100	25.0	30.1	31.2	41.8
	# 200	0.1	0.1	0.1	1.2
可塑剤吸収量		22.0	21.3	21.5	21.3
ゲル化時間		6.2	6.9	6.7	6.9
コンパウンド	BD	0.558	0.548	0.550	0.549
	DF	10.2	11.1	11.0	11.0
押出テスト	ゲル化ピッチ	20	18	18	19
	押出量(g/min)	45	44	44	45
その他		-	-	-	-
搅拌所要動力(kg·m/s ²)	→120	100 →120	100 →120	100 →120	100 →120

【0036】

【表2】

		比較例				
		1	2	3	4	5
重合開始前に添加した分散剤、懸濁剤の種類と添加量(部)		分散剤① 0.07 懸濁剤② 0.045	分散剤① 0.07	分散剤① 0.07	分散剤① 0.07	分散剤① 0.07
重合開始後、連続添加した懸濁剤	種類と 添加量 (部)	-	懸濁剤② 0.045 懸濁剤③ 0.005	懸濁剤④ 0.07	懸濁剤② 0.045 懸濁剤③ 0.005	懸濁剤② 0.045 懸濁剤③ 0.005
添加時期	-	重合率 5~40%	重合率 0~10%	重合率 0~5%	重合率 0~5%	重合率 0~5%
かさ比重	0.545	0.540	0.541	0.550	0.540	0.540
粒度分布 (pass %)	# 60	100	91.2	98.9	98.7	97.2
	# 100	40.7	64.7	52.1	16.3	58.2
	# 200	0.9	18.5	5.8	0.0	3.8
可塑剤吸収量	18.5	18.4	18.9	19.5	19.9	19.9
ゲル化時間	10.2	11.2	10.3	9.9	9.8	9.8
コンパウンド	BD DF	0.528 13.0	0.525 14.5	0.521 14.2	0.529 13.1	0.521 13.9
押出テスト	ゲル化ピッチ 押出量(g/min)	3 40	3 40	3 40	5 40	5 40
その他	-	重合缶気液 界面後相部 に多量のス ケール有り	重合缶気液 界面後相部 に多量のス ケール有り	重合缶気液 界面後相部 に多量のス ケール有り	重合缶気液 界面後相部 に多量のス ケール有り	重合缶気液 界面後相部 に多量のス ケール有り
搅拌所要動力(kg·m/s ²) 連続添加中→その後	100 →120	100 →120	100 →120	80 →80	120 →120	

(注)

<分散剤>重合度235、けん化度50.7モル%の油溶性部分けん化ポリビニルアルコール<懸濁剤>重合度2550、けん化度80モル%の水溶性部分けん化ポリビニルアルコール<懸濁剤>メトキシ置換度29.2重量%、ヒドロキシプロポキシ置換度8.9重量%で、その2重量%水溶液の20℃における粘度が49.5cpsのヒドロキシプロピルメチルセルロース<懸濁剤>重合度780、けん化度72.9モル%の水溶性部分けん化ポリビニルアルコール【0037】表1、2の結果より、本発明方法により得られた塩化ビニル重合体に、かさ比重が高く、粒度分布がシャープで、可塑剤吸収量が大きく、ゲル化時間も短く、押出テストも良好である。

【0038】これに対し、懸濁剤を分散剤と共に重合開始前に仕込んだ場合(比較例1)は、かさ比重が低いと共に、可塑剤吸収量が低く、ゲル化時間が長い上、押出量も少ないと共に、懸濁剤を重合初期から仕込まずに時間を置いてから仕込んだ場合(比較例2)、懸濁剤の性質が本発明の範囲以外の場合(比較例3)、搅拌所要動力が本発明の好適範囲以外の場合(比較例4、5)は、いずれもかさ比重が低いと共に、粒度分布が広くなり、可塑剤吸収量が低く、ゲル化時間も長い上、押し出し量が少なく、しかも重合系が不安定になることが認められる。